

AI基急速凝固非平衡相粉末の作製とその押出し材の性質

著者	大寺 克昌
号	1664
発行年	1995
URL	http://hdl.handle.net/10097/10471

氏 名 大 寺 克 昌

授 与 学 位 博 士 (工 学)

学 位 授 与 年 月 日 平 成 8 年 2 月 14 日

学位授与の根拠法規 学位規則第4条第2項

最 終 学 歴 昭 和 55 年 3 月

京都大学大学院工学研究科冶金工学専攻修士課程修了

学 位 論 文 題 目 Al 基急速凝固非平衡相粉末の作製とその押出し材料の性質

論 文 審 査 委 員 東北大学教授 井上 明久 東北大学教授 増本 健

東北大学教授 渡邊 龍三

論 文 内 容 要 旨

第1章 序 論

急速凝固法は、通常の鑄造法に比べ、冷却速度が非常に高いため、急速凝固法によって作製された金属材料は従来の鑄造法で作製されたものと異なる特性を示すことが多い。例えば、急速凝固法によって溶質元素の固溶限が拡大したり、結晶組織が微細化することによって機械的性質が向上する。また、合金系によっては、非晶質金属の作製が可能である。Fe, Co, Ni 系のような遷移金属系合金では1970年代前半に単ロール法などによって非晶質相が得られ、現在では磁性材料として実用化されている。これに対して Al 合金系で非晶質単相が得られたのは Fe 系に比べ10年以上遅く、当初 Al 基非晶質合金は非常に脆いものであった。1986年になって初めて Al-Si-遷移金属系の急速凝固薄帯で180° 密着曲げ変形可能なねばさを持つ Al 基非晶質合金が見い出され、これに続いて Al-遷移金属-遷移金属系の多くの系で非晶質合金が見い出されるとともに従来の Al 合金に比べ、高い引張強さを持つ非晶質合金も見い出された。

従来の高強度 Al 合金はジュラルミンなどの時効硬化型 Al 合金であり、1970年代からはこれらの Al 合金においても急速凝固法やメカニカルアロイング法を用いて強度の向上が図られてきた。

本研究では、高強度 Al 合金を得ることを目的として、急速凝固法によって非晶質相あるいは超微細非平衡結晶相の Al 合金を作製した。Al-希土類金属-遷移金属系合金において、非晶質単相を形成する組織範囲および非晶質合金の機械的性質を調べるとともにガラス遷移現象を発現する組成を見い出し、この特性をもつ Al 基非晶質合金粉末を押出すことによって非晶質固化材の作製条件についても調べた。また、非晶質粉末あるいは非平衡結晶相を含む超微細組織の粉末から押出す方法によって固化材を作製し、組成と押出し条件および押出し材の特性の関係について検討した。

第2章 実験方法

実験方法として、試料の作製方法および作製した試料の評価方法について述べた。急速凝固薄帯の作製は単ロール液体急冷装置で行なった。また、固化材作製には高圧ガスアトマイズ装置で作製した微細な Al 合金粉末を使用した。この Al 合金粉末を Al 缶あるいは Cu 缶に入れ、脱ガス処理を行うとともに同時に粉末組織の均質化処理を行った。脱ガス均質化処理温度は組織の急激な成長が生じない温度を選んで熱処理を実施した。試料の相の同定は X 線回折、組織の観察は走査型電子顕微鏡および透過型電子顕微鏡で行った。機械的性質として引張試験はインストロン型引張試験装置で、疲労試験は回転曲げ疲労試験機で測定を実施した。

第3章 非晶質合金の生成と性質

Al-希土類金属系およびAl-遷移金属系合金で単ロール液体急冷装置を用いて急速凝固薄帯を作製し、以下の事項が分かった。

- (1) Al-希土類金属系2元合金においてAlが90at%以上の組成でも非晶質単相を得ることができた。Alと希土類金属原子の原子寸法比は0.80以下であり、かつ混合エンタルピーが負の大きな値となり、Al-希土類金属系2元合金は非晶質相を生成しやすい条件を有している。これに対してAl-遷移金属系では原子寸法比が0.80よりはるかに大きく、非晶質単相を生成しにくい条件を有している。Al-希土類金属系において希土類金属濃度が高くなるとAlの周囲に存在する希土類金属原子数が増えるため、結晶化温度(T_x)やビッカース硬さのような機械的性質は希土類金属濃度によって変化する。希土類金属の低濃度の組成ではfcc-Al相が低温で析出するため T_x は低いが、希土類金属濃度が高くなると金属間化合物がfcc-Al相と同時に析出するために希土類金属原子の移動が必要になり T_x は上昇する。また、Alと希土類金属原子間には非常に強い負の相互作用が働いているため、希土類金属濃度が高くなるとビッカース硬さや引張強さは、希土類金属濃度にほぼ比例して大きくなる。
- (2) Al-希土類金属-遷移金属系3元合金(遷移金属; V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Nb)において非晶質単相を形成する組成範囲は、溶質元素の1つである遷移金属の原子番号が大きくなる順に広くなりNiで最も広くなる。上記のAl合金の異種元素間に働く相互作用が3元素においても非常に重要であり、非晶質単相を形成する組成範囲の狭いAl-希土類金属-V系ではVと希土類金属原子間に正の大きな相互作用があるため、非晶質単相を形成する組成範囲は狭くなると考えられる。Al-希土類金属-Ni系非晶質合金では各元素間に負の相互作用が働き、非晶質単相の形成範囲が広がるとともに非常に高強度になる。例えば、 $Al_{84}La_6Ni_{10}$ や $Al_{84}Ce_4Ni_{10}Mg_2$ 非晶質合金では、その引張強さが1000MPaを越えており、Al合金として初めて引張強さが1000MPaを越えるAl合金となった。
- (3) Al-希土類金属-Ni系非晶質合金において、限られた組成範囲で明瞭なガラス遷移が認められた。 $Al_{85}Y_{10}Ni_5$ 非晶質合金もガラス遷移現象を示し、高圧ガスアトマイズ法で作製した $Al_{85}Y_{10}Ni_5$ の粉末は $26\mu m$ 以下で非晶質単相であった。 $Al_{85}Y_{10}Ni_5$ 非晶質粉末を T_x 以下の温度で押出して作製した固化材はほぼ非晶質単相であり、この固化材の圧縮強さは1050MPaに達した。

第4章 非晶質相の押出しによる微細結晶質アルミニウム合金の作製と性質

Al-希土類金属-Ni系非晶質合金粉末を T_x より高温で脱ガス均質化処理後、押出しを行って固化材を作製し、以下のことが分かった。

- (1) $Al_{88.5}Ni_8Mm_{3.5}$ 非晶質合金粉末を押出して作製した固化材の引張強さは、脱ガス均質化処理温度の影響を強く受ける。特に上記の温度が673K以上になるとAl結晶粒および金属間化合物が成長するため押出し材の引張強さは急激に低下する。引張強さが920MPaを示す押出し材の組織は、Al結晶粒が150~200nm、金属間化合物が100nmと従来のAl合金に比べ非常に微細である。
- (2) $Al_{88.5}Ni_8Mm_{3.5}$ 押出し材の引張強さは920MPaと非常に高い値であるが、これはAl結晶粒による微細化効果と高体積率の微細な金属間化合物の分散強化によるものである。
- (3) 微細な組織に起因して $Al_{88.5}Ni_8Mm_{3.5}$ 押出し材は、高歪速度で超塑性現象を発現した。歪速度 $1s^{-1}$ 、試験温度873Kで $Al_{88.5}Ni_8Mm_{3.5}$ は480%の伸びを示した。 $1s^{-1}$ という歪速度は従来の超塑性現象を発現するAl合金の歪速度に比べ10000倍大きな値である。
- (4) $Al_{88.5}Ni_8Mm_{3.5}$ 押出し材において金属間化合物の体積率は35%に達する。この高体積率によって $Al_{88.5}Ni_8Mm_{3.5}$ 押出し材は従来のAl合金に比べ、高弾性率、低熱膨張および高耐摩耗性という特徴を示す。

第5章 非平衡結晶相の押出しによる微細結晶質アルミニウム合金の作製と性質

第4章では非晶質合金粉末から作製した超微細組織のAl合金押出し材について述べた。第5章では非平衡結晶相を含む超微細組織のAl合金粉末から押出しによって固化材を作製し、以下のことを明らかにした。

- (1) Al-Ni-Mm系およびAl-Ni-Zr系合金において非平衡結晶相の粉末から作製した押出し材において800MPa以上の引張強さを得たが、非晶質合金粉末から作製した押出し材の引張強さの値には及ばなかった。

- (2) Al-Ni-Mm 系と Al-Ni-Zr 系合金の特徴を活かした $\text{Al}_{89.5}\text{Ni}_8\text{Mm}_{2.5-x}\text{Zr}_x$ 押出し材の作製を行った。4 元素合金になると押出し材の引張強さは大きくなり、 $\text{Al}_{89.5}\text{Ni}_8\text{Mm}_{0.75}\text{Zr}_{1.75}$ の引張強さは 1000MPa に達した。この押出し材の組織は、80~100nm の Al 結晶粒中に 10~20nm の 2 種類の金属間化合物が分散した組織である。
- (3) $\text{Al}_{89.7}\text{Ni}_8\text{Mm}_{1.5}\text{Zr}_{0.8}$ では、 $\text{Al}_{89.5}\text{Ni}_8\text{Mm}_{0.75}\text{Zr}_{1.75}$ に比べ押出し材の作製が容易である。 $\text{Al}_{89.7}\text{Ni}_8\text{Mm}_{1.5}\text{Zr}_{0.8}$ 押出し材の組織は、100~150nm の Al 結晶粒と 20~100nm の Al_3Ni や $\text{Al}_{11}\text{Mm}_3$ および 10~20nm の Al-Zr 系化合物からできている。この微細組織に起因して高い引張強さを示す外に、超塑性現象を発現する。 $\text{Al}_{89.7}\text{Ni}_8\text{Mm}_{1.5}\text{Zr}_{0.8}$ は、歪速度 1 s^{-1} 、試験温度 873K の条件で 600% の伸びを示した。
- (4) Al-Ni-Mm-Zr 系で Ni の一部を Cu で置換すると金属間化合物の平均粒径が小さくなるため溶質元素濃度が低くなっても高い引張強さを維持する。 $\text{Al}_{90.2}\text{Ni}_{5.5}\text{Cu}_{2.8}\text{Zr}_{1.8}\text{Mm}_{0.5}$ 押出し材は引張強さ 880MPa と非常に高い引張強さをもち、押出し材の作製も $\text{Al}_{89.7}\text{Ni}_8\text{Mm}_{1.5}\text{Zr}_{0.8}$ に比べ非常に容易である。

第 6 章 非平衡結晶相の押出しによる高弾性微細結晶質アルミニウム合金の作製と性質

急速凝固法を活用することによって高濃度の溶質元素を含む Al 合金粉末の作製が可能になる。上記の粉末から押出しによって固化材を作製すると高体積率の金属間化合物を分散させた Al 合金押出し材を作製することが可能である。金属間化合物の中で高弾性率を示す Ti を高濃度で含む Al-Ni-Cu-Ti 系合金で高圧ガスアトマイズ法により粉末を作製し、押出し材の作製を行い、以下のことを明らかにした。

$\text{Al}_{88.5}\text{Ni}_{5.5}\text{Cu}_{2.5}\text{Ti}_4$ 押出し材は、引張強さ 680MPa、伸び 7%、弾性率 104GPa であり、高強度で延性を維持したまま非常に高い弾性率を有している。この Al 合金から作製した織機用部品は、高速運動しても高弾性率であるため振動が小さく従来の Al 合金製部品に比べ非常に優れた特性を示している。

第 7 章 総 括

本章では、本研究で得られた成果について総括した。

審 査 結 果 の 要 旨

アルミニウム合金は広範な分野で使用されているが、省資源、省エネルギー化のためには引張強さや弾性率のさらなる向上が求められている。これらの機械的性質を向上させるための基礎的知見を得るために、本研究では、急速凝固アルミニウム合金薄帯において非晶質相生成の組成範囲および非晶質合金の機械的性質を示すと共に、非晶質固化材の加工条件と強度特性を明らかにしている。次いで、高圧ガス噴霧法で得た非平衡相粉末の押出し固化を行い、押出し条件と押出し材の組織と機械的性質の関係について調べ、新しい高強度アルミニウム合金を開発した結果をまとめたもので全編7章よりなる。

第1章は序論であり、本研究の背景、目的および概要について述べている。

第2章では、本研究における試料作製から評価にわたる実験方法について述べている。

第3章では、Al-希土類金属系及びAl-希土類金属-遷移金属系合金において非晶質相生成の組成範囲と機械的性質などを調べ、合金の原子寸法比と混合エンタルピーが非晶質相形成の重要因子であることおよび混合エンタルピーが機械的性質の組成依存性の要因であることを明らかにしている。さらに、Al-Y-Ni系非晶質合金のガラス遷移現象を利用した押出し法により、非晶質粉末から高強度の非晶質固化材が作製できることを示している。

第4章では、Al-Mm-Ni系非晶質粉末から結晶質押出し材を作製し、押出し条件、押出し材の組織と機械的性質の結果を述べている。均質化温度が組織の粒径に大きな影響を及ぼすとともに、Al母相の微細粒効果と高体積率の微細な金属間化合物による分散効果が高強度化に寄与していることを明らかにしている。また、この微細粒Al合金が高歪速度域で超塑性現象を発現することを見出している。

第5章では、Al-(Ni, Cu)-Mm-Zr系非平衡結晶相粉末から得た押出し材が均質化温度の制御により組織を微細化でき、その押出し材が超々ジュラルミンよりはるかに高い引張強さと疲労強度を有することを示している。

第6章では、Al-Ni-Cu-Ti系非平衡結晶相粉末の押出し材が高弾性率の微細な金属間化合物を高体積率で含むことにより、高い引張強さと高延性を保持した状態で高弾性率を有しており、生産性の向上を目的として製作された織機の部品に応用できた例を示している。

第7章は総括であり、本研究において得られた成果について要約している。

以上要するに本論文は、急速凝固法で作製したAl基非晶質合金の生成と性質を明らかにすると共に、高圧ガス噴霧法で作製した非平衡相粉末から従来のアルミニウム合金より優れた機械的特性を持つアルミニウム合金押出し材を開発することに成功したもので、材料加工学の発展に寄与するところが少なくない。よって、本論文は博士（工学）の学位論文として合格と認める。